

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-263485

(43)Date of publication of application : 07.10.1997

(51)Int.Cl.

C30B 15/20
C30B 29/06
C30B 33/04
// H01L 21/208

(21)Application number : 08-072814

(71)Applicant : NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 27.03.1996

(72)Inventor : TANAKA MASAHIRO
HAGA HIROTSUGU
HASEBE MASAMI

(54) METHOD FOR CONTROLLING PULLING OF SINGLE CRYSTAL, PRODUCTION OF SINGLE CRYSTAL AND APPARATUS THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To enhance the rate of success in pulling a single crystal and to control the pull in such a manner that the single crystal having high quality is pulled up by measuring the two-dimensional temp. distribution and time fluctuation of a melt surface in single crystal production by a CZ method and adjusting the conditions of pulling up the single crystal.

SOLUTION: This control method comprises pulling the single crystal from the crystal member melt melted by a heater in a rotating crucible. The two-dimensional temp. distribution on the surface of the crystal member melt and the time fluctuation thereof are measured at the point of the time the seed crystal of the single crystal comes into contact with the melt surface or during the pulling up of the single crystal, by which the growth environment of the single crystal is recognized. The rotating speed of the crucible, the rotating speed of the single crystal, the relative positions of the crucible and a heater and the heating conditions for the heater are controlled in accordance with therewith, by which the temp. distribution of the melt surface is so controlled as to be axisymmetrically controlled. The temp. distribution near at least the crystal growth boundary is so controlled as to be approximated to the axisymmetry and the temp. fluctuation with the time is so controlled as to be lessened.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

14.01.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-263485

(43) 公開日 平成9年(1997)10月7日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B 15/20			C 3 0 B 15/20	
29/06	5 0 2		29/06	5 0 2 J
33/04			33/04	
// H 0 1 L 21/208			H 0 1 L 21/208	P

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平8-72814

(22) 出願日 平成8年(1996)3月27日

(71) 出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72) 発明者 田中 正博

神奈川県川崎市中原区井田1618番地 新日

本製鐵株式会社技術開発本部内

(72) 発明者 芳賀 博世

神奈川県川崎市中原区井田1618番地 新日

本製鐵株式会社技術開発本部内

(72) 発明者 長谷部 政美

神奈川県川崎市中原区井田1618番地 新日

本製鐵株式会社技術開発本部内

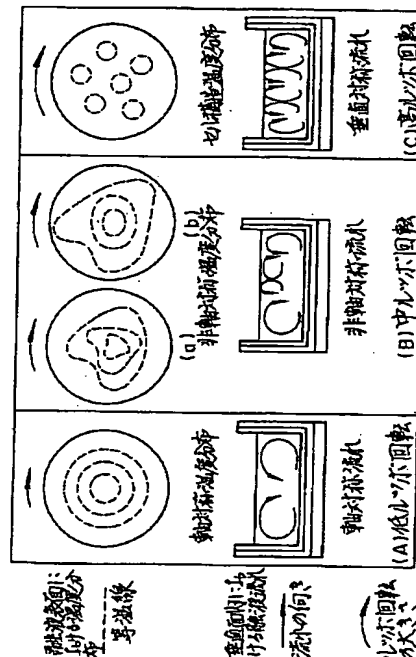
(74) 代理人 弁理士 八田 幹雄 (外1名)

(54) 【発明の名称】 単結晶引き上げ制御方法、単結晶製造方法および装置

(57) 【要約】

【目的】 CZ法による単結晶プロセスにおいて、単結晶引上成功率が高くかつ高品質な単結晶を得るための単結晶製造方法、単結晶引き上げ制御方法および装置を提供することを目的とする。

【構成】 CZ法による単結晶製造プロセスにおいて、融液表面の二次元温度分布およびその時間変動を測定し、その情報を基にして操作条件を調節することで最適な結晶成長環境を迅速にかつ確実に得ることができる製造方法、引き上げ制御方法および装置である。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 回転するルツボ内にあって、ヒーターによって溶解された結晶部材融液から単結晶を引き上げる単結晶引き上げ制御方法であって、

該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該結晶部材融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することにより、該単結晶の成長環境を知り、これを基に該ルツボの回転速度、該単結晶回転速度、該ルツボと該ヒーターとの相対的位置、該ヒーターの加熱条件を調節することにより、該融液表面の温度分布を軸対称にすることにより、該単結晶の引き上げ成功率が高くかつ該単結晶を高品質にすることを特徴とする単結晶引き上げ制御方法。

【請求項 2】 回転するルツボ内にあって、ヒーターによって溶解された結晶部材融液から単結晶を引き上げる単結晶引き上げ制御方法であって、

該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該結晶部材融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することにより、該単結晶の成長環境を知り、これを基に該ルツボの回転速度、該単結晶回転速度、該ルツボと該ヒーターとの相対的位置、該ヒーターの加熱条件を調節することにより、少なくとも結晶成長界面近傍の温度分布を軸対称に近づける、そしてまたは、時間の温度変動を小さくして、該単結晶の引き上げ成功率が高くかつ該単結晶を高品質にすることを特徴とする単結晶引き上げ制御方法。

【請求項 3】 回転するルツボ内にあって、ヒーターによって溶解された結晶部材融液に水平磁場を印加しながら単結晶を引き上げる単結晶引き上げ制御方法であって、

該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該結晶部材融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することにより、水平磁場印加で必然的に生ずる該融液表面上の非軸対称温度分布の非軸対称度合いを知り、これを基に該ルツボの回転速度、該単結晶回転速度、該ルツボと該ヒーターとの相対的位置、該ヒーターの加熱条件、該水平磁場強度を調整することにより、非軸対称温度分布を軸対称に近づけることで、該単結晶の引き上げ成功率が高くかつ該単結晶を高品質にすることを特徴とする単結晶引き上げ制御方法。

【請求項 4】 回転する石英ルツボ内にあって、ヒーターによって溶解されたシリコン融液に水平磁場を印加しながら単結晶を引き上げる単結晶引き上げ制御方法であって、

該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該結晶部材融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することにより、該単結晶の成長環境を知り、これを基に該ルツボの回転速度、該単結晶回転速度、該ルツボと該ヒーターとの相対

的位置、該ヒーターの加熱条件、該水平磁場強度を調整することにより、単結晶内の酸素濃度を制御することを特徴とする単結晶引き上げ制御方法。

【請求項 5】 融液から単結晶を引き上げる単結晶製造方法であって、

該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該融液表面の二次的な温度分布およびその時間変動を測定することで、最適な結晶成長環境を把握することを特徴とする単結晶製造方法。

10 【請求項 6】 融液から単結晶を引き上げる単結晶製造方法であって、

該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該融液表面の二次的な温度分布およびその時間変動を測定することで、最適な結晶成長環境を把握し、該単結晶の単結晶引き上げ成功率を高めることを特徴とする単結晶製造方法。

【請求項 7】 融液から単結晶を引き上げる単結晶製造方法であって、

20 該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該融液表面の二次的な温度分布およびその時間変動を測定することで、最適な結晶成長環境を把握し、製造された該単結晶品質と対比させて、高品質な単結晶を得ることを特徴とする単結晶製造方法。

【請求項 8】 回転するルツボ内にあって、ヒーターによって溶解された結晶部材融液から単結晶を引き上げる単結晶製造方法であって、

30 該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該結晶部材融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することにより、該単結晶の成長環境を知り、これを基に該ルツボの回転速度、該単結晶回転速度、該ルツボと該ヒーターとの相対的位置、該ヒーターの加熱条件を調節することにより、該単結晶の単結晶引き上げ成功率が高くかつ該単結晶が高品質となる該融液表面温度分布、およびまたは表面温度の時間変動に近づけることを特徴とする単結晶製造方法。

【請求項 9】 融液から単結晶を引き上げる単結晶製造装置であって、

40 融液上方に設置した融液表面の二次元温度分布測定手段と、

融液表面温度の時間変動測定手段ならびに結晶成長環境制御手段とを有することを特徴とする単結晶製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、単結晶引き上げ成功率が高くかつ高品質なシリコン等の単結晶製造方法、単結晶引き上げ制御方法、単結晶製造方法およびその装置に関する。

【0002】

50 【従来の技術】 単結晶製造方法として、ルツボ内融液か

ら結晶を成長させつつ引き上げるチョコラルスキー法（以下CZ法と記する）が広く行われている。このCZ法により単結晶を得ようとする場合、例えば図1に模式的に示すような構成の単結晶製造装置が用いられる。このような単結晶製造方法においては、まず図中のルツボ内に原料を入れ、それらを取り囲むヒーターによってこの原料を融解する。

【0003】そして、このルツボ内の融液の上方より種結晶を降ろして融液表面に接触させる。この種結晶を回転させながら、引き上げ速度を制御しつつ上方に引き上げることで、所定の径の単結晶を作製する。この結晶引き上げにおいては、結晶の多結晶化や、変形を防ぐためや、結晶内のドーパントや、不純物の濃度分布を制御する目的などのために融液流動を制御してきた。

【0004】従来では、この融液流動を直接調べる方法がなく、試行錯誤的にルツボ回転速度、結晶回転速度、ルツボとヒーターの相対的位置、ヒーターの加熱条件などの操業条件を調節し、結晶成長にとって最適な操業環境を得てきた。さらに、他に安定な結晶成長環境が実現されているかを知る補助手段として、例えば特公昭58-50951号公報に述べられているように、融液に水平磁場を印加することで対流を抑制したり融液表面の振動を押さえる方法があった。この場合にも最適な結晶成長環境を得るためには試行錯誤による条件探索が必要であった。

【0005】また、最適な結晶成長環境が実現されているかを知る補助手段として、融液表面のある一点の温度を測定し、得られた融液表面温度変動を最適結晶成長環境の指標とする方法があった。例えば、図2にその概略を示すように、チャンバ上方に放射温度計を取り付けて融液表面の1点の温度を測定していた。その測定により、温度変動がある程度小さくなるように操業条件を制御していた。

【0006】さらに、特願昭61-53190号公報では、CCDカメラにより結晶と融液の放射率の差を利用して結晶-融液境界を知り、その融液側の径方向の温度勾配を測定し、引き上げ速度、ルツボ・結晶回転速度、融液温度を制御することで結晶成長を制御する方法が報告されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】ところが上記のような試行錯誤による最適操業条件の探索には多くの時間と労力が必要である。その上引き上げ炉内のカーボン部材などの経時変化と共にこれらの条件は変化してしまう。さらに放射温度計による融液表面のある1点の測温だけで安定な結晶成長の指針とするのは以下の点で問題がある。

【0008】従来、ルツボ内融液の温度分布はルツボの回転軸に対して軸対称で、定常的であると考えられてきた。しかし最近の本発明者の研究によると、ルツボ回転

速度などの操業条件によっては融液内温度分布は非軸対称で、非定状になる場合があることが明らかになった。この非定状、非軸対称な温度分布により融液の円周方向に温度の低い部分と高い部分ができ、結晶成長界面上の円周方向に温度変動が存在する。さらに、この低温部と降温部とがルツボ回転方向に移動するために、結晶成長界面上の固定した場所でも温度変動が生ずる。

【0009】もし結晶成長界面近傍の融液の温度変動が大きい場合は、結晶が多結晶化したり、結晶に取り込まれる不純物にムラが生じたり、結晶内の欠陥濃度が増大したりする。この温度変動の大きさは測定する融液の位置によって異なる。すなわち、これまでのように融液表面のある1点のみを測定していたのでは本当に安定な結晶成長環境を知ることはできない。

【0010】さらに、融液表面における径方向の温度勾配も重要な制御すべき条件である。結晶の肩広げの時に融液表面における半径方向の温度勾配が極端に小さい場合、結晶径が急に大きくなり多結晶化する場合がある。また、結晶の直胴部の成長時に半径方向の温度勾配が極端に小さい場合、結晶が大きく変形する可能性があり、結晶の歩留まりや生産性が損なわれる。この融液表面における径方向の温度勾配は従来の融液表面の1点の測定では観測不可能であった。

【0011】最近この融液流動を直接調べる方法として、次の3つの方法が報告された。

【0012】（1）引き上げ時に見られる融液表面の黒い縞模様から融液表面の流動を予想する方法（山岸、布施川：日本結晶成長学会誌 VOL17, No3&4, 1990）。

【0013】（2）融液表面にトレーサーを浮かべ、そのトレーサーの動きから融液表面の流動を予想する方法（白石：93春季応物予稿集第1分冊1a-H6）。

【0014】（3）融液に、その融液とほぼ同じ密度のトレーサーを入れて、融液全体にX線を当て、融液とトレーサーのX線透過率の差によりトレーサーの動きを追う、融液全体の流動を知る方法（K.Kakimoto, M.Eguti, H.watanabe, J Crystal Growth 88(1988)365）。

【0015】ところが、融液表面の黒い縞模様から融液流動を知る方法では縞模様と融液流動との関係はまだ明確ではない。また、トレーサーを融液内に入れて融液流動を知る方法では結晶成長が不可能となる。このように実際の単結晶製造現場で使用するためにはこれらの方法には問題がある。

【0016】また、特開昭61-53190号公報には融液表面における半径方向一次元の温度分布制御についてのみが記載されている。

【0017】さらにCZ法による単結晶成長においては、融液流動および温度分布の初期状態、すなわち、種結晶を融液に接触させた時点の融液流動および温度分布が以降の結晶成長にとって非常に重要である。CZ法による単結晶成長においては引き上げ速度、ルツボ回転、

結晶回転、ヒーターパワー等の制御手段があり、実際にも結晶成長中にこれらを変化させたフィードバック制御等を行っている。しかし、これらの制御は融液流動および温度分布の初期条件により制限される。

【0018】すなわち、初期条件が悪いと結晶引き上げ中にいくら上記制御手段によって修正しようとしても限界がある。

【0019】本発明では、種結晶を融液に接触させた時点もしくは単結晶引き上げ中に融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を非接触で迅速にかつ詳細に把握することで、結晶成長の初期条件を最適にし、そして

【0020】本発明は、CZ法により引き上げられる結晶全てに適用可能である。そして特に結晶の大型化が進んでいるシリコン単結晶の結晶引き上げに有効である。

【0021】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記目的を達成するために、融液表面を二次元的に観察し、融液表面温度の時間変動を詳細に把握することで、安定に高品質な単結晶の引き上げを行う方法を見だし、本発明を完成するに至ったものである。

【0022】すなわち、本発明は、回転するルツボ内にあって、ヒーターによって溶融された結晶部材融液から単結晶を引き上げる単結晶引き上げ制御方法であって、該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該結晶部材融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することにより、該単結晶の成長環境を知り、これを基に該ルツボの回転速度、該単結晶回転速度、該ルツボと該ヒーターとの相対的位置、該ヒーターの加熱条件を調節することにより、該融液表面の温度分布を軸対称にすることにより、該単結晶の引き上げ成功率が高くかつ該単結晶を高品質にすることを特徴とする単結晶引き上げ制御方法である。

【0023】また、本発明は、回転するルツボ内にあって、ヒーターによって溶融された結晶部材融液から単結晶を引き上げる単結晶引き上げ制御方法であって、該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該結晶部材融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することにより、該単結晶の成長環境を知り、これを基に該ルツボの回転速度、該単結晶回転速度、該ルツボと該ヒーターとの相対的位置、該ヒーターの加熱条件を調節することにより、少なくとも結晶成長界面近傍の温度分布を軸対称に近づける、そしてまたは、時間の温度変動を小さくして、該単結晶の引き上げ成功率が高くかつ該単結晶を高品質にすることを特徴とする単結晶引き上げ制御方法である。

【0024】また、本発明は、回転するルツボ内にあって、ヒーターによって溶融された結晶部材融液に水平磁場を印加しながら単結晶を引き上げる単結晶引き上げ制

御方法であって、該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該結晶部材融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することにより、水平磁場印加で必然的に生ずる該融液表面上の非軸対称温度分布の非軸対称度合いを知り、これを基に該ルツボの回転速度、該単結晶回転速度、該ルツボと該ヒーターとの相対的位置、該ヒーターの加熱条件、該水平磁場強度を調整することにより、非軸対称温度分布を軸対称に近づけることで、該単結晶の引き上げ成功率が高くかつ該単結晶を高品質にすることを特徴とする単結晶引き上げ制御方法である。

【0025】また、本発明は、回転する石英ルツボ内にあって、ヒーターによって溶融されたシリコン融液に水平磁場を印加しながら単結晶を引き上げる単結晶引き上げ制御方法であって、該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該結晶部材融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することにより、該単結晶の成長環境を知り、これを基に該ルツボの回転速度、該単結晶回転速度、該ルツボと該ヒーターとの相対的位置、該ヒーターの加熱条件、該水平磁場強度を調整することにより、単結晶内の酸素濃度を制御することを特徴とする単結晶引き上げ制御方法である。

【0026】また、本発明は、融液から単結晶を引き上げる単結晶製造方法であって、該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することで、最適な結晶成長環境を把握することを特徴とする単結晶製造方法である。

【0027】また、本発明は、融液から単結晶を引き上げる単結晶製造方法であって、該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することで、最適な結晶成長環境を把握し、該単結晶の単結晶引き上げ成功率を高めることを特徴とする単結晶製造方法である。

【0028】また、本発明は、融液から単結晶を引き上げる単結晶製造方法であって、該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することで、最適な結晶成長環境を把握し、製造された該単結晶品質と対比させて、高品質な単結晶を得ることを特徴とする単結晶製造方法である。

【0029】また、本発明は、回転するルツボ内にあって、ヒーターによって溶融された結晶部材融液から単結晶を引き上げる単結晶製造方法であって、該単結晶の種結晶を該融液表面に接触した時点もしくは該単結晶引き上げ中に該結晶部材融液表面の二次元的な温度分布およびその時間変動を測定することにより、該単結晶の成長環境を知り、これを基に該ルツボの回転速度、該単結晶回

転速度、該ルツボと該ヒーターとの相対的位置、該ヒーターの加熱条件を調節することにより、該単結晶の単結晶引き上げ成功率が高くかつ該単結晶が高品質となる該融液表面温度分布、およびまたは表面温度の時間変動に近づけることを特徴とする単結晶製造方法である。

【0030】また、本発明は、融液から単結晶を引き上げる単結晶製造装置であって、融液上方に設置した融液表面の二次元温度分布測定手段と、融液表面温度の時間変動測定手段ならびに結晶成長環境制御手段とを有することを特徴とする単結晶製造装置である。

【0031】ここで結晶成長環境とは、融液内部、融液表面、融液-結晶界面および融液-ルツボ界面における温度、流速、各不純物濃度の分布と時間変動を意味する。また、単結晶引き上げ成功率とは、N回結晶を引き上げた場合に全結晶全長にわたって単結晶である回数をM回とすると、 M/N を意味する。また、高品質結晶とは、無転位単結晶であって、不純物濃度（ドーパントや酸素濃度等）およびその分布が制御され、OSF（Oxidation-induced Stacking Fault）等の結晶欠陥濃度が皆無かもしくは非常に小さく、酸素析出物濃度分布が制御された結晶を意味する。また、非軸対称度合いとは、融液に横磁場を印加したときには磁場方向に低温領域が広がり、融液表面では楕円形の温度分布になるが、その楕円温度分布の磁場方向に対する磁場に垂直な方向の長さの比を意味する。

【0032】本発明により、単結晶引き上げ融液情報により二次元的に融液表面温度を観察することにより、結晶成長環境を詳細に把握し、結晶成長に最適な環境を得るためのオペレーションガイドを容易に作成することができる。

【0033】また本発明により、単結晶引き上げ融液情報により二次元的に融液表面温度を観察することにより、結晶成長環境を詳細に把握し、これを基にルツボ回転速度、単結晶回転速度、ルツボとヒーターの相対的位置、ヒーターの加熱条件、水平磁場強度を制御することにより、結晶成長に最適な温度条件、融液流動条件および酸素濃度条件を実現することができる。

【0034】単結晶引き上げにおいて、融液表面からは Planck の法則で与えられる以下のような黒体の単色放射強度 I_b に融液の放射率 ϵ をかけた強度 I の放射線が射出されている。

$$【0035】I = \epsilon I_b$$

$I_b = 2C_1 / (\lambda^5 \{ \exp(C_2 / \lambda T) - 1 \})$
ここで、 λ は波長、 T は温度、 C_1 、 C_2 は Planck の第1、第2の定数である。この放射強度を融液上方より二次元的に測定し、それを上記変換もしくはあそれより実際の系に合うように修正した変換式にしたがって温度に変換することによって、融液表面温度を非接触で知ることができる。

【0036】これらを連続的に観察することで融液表面

温度の時間変動を二次元的に知ることができる。この融液表面の二次元温度は融液流動を反映しているため、二次元温度分布から融液全体の流れを知ることができる。そして、ルツボ回転速度、結晶回転速度、ルツボとヒーターの加熱条件を変化させることで融液流動が変化し、この融液表面温度分布や温度変動を変化させることができる。したがってこれらの融液表面データは、結晶成長に最適な操業条件を得るためのオペレーションガイドとなる。

10 【0037】以上述べた方法には、炉の部材が経時変化しても、常に融液表面温度を観察して操業条件を最適に修正できるため、経時変化を考慮したオペレーションが可能であるという利点がある。

【0038】CZ引き上げにおける融液流動の特徴は、ルツボ側壁で暖められた融液がルツボ側壁に沿って上昇し、自由表面近傍でルツボ中心軸方向へ流れの向きを変える。そして中心軸付近で沈み込んだ後、ルツボ底で向きを変え、ルツボ側壁に向かって流れる。これによって図3(a)の垂直断面における流れ（子午面流）を形成する。通常CZ引き上げではルツボを回転させる。これにより、上記流れにルツボ回転によって誘起される流れが重なる。このように密度成層（流体の中に密度差が存在している状態）し、かつ回転している流体を回転成層流体と呼び、その典型的な例が地球の大気であり、CZ引き上げにおける融液流動と地球の大気の流動は非常によく似ている。

【0039】このような回転成層流体における本発明者の側面実験および数値流動シミュレーションにより以下のことがわかった。以下に図3を使って、回転成層流体へのルツボ回転の効果を述べる。図中、低ルツボ回転、中ルツボ回転、高ルツボ回転、というのは相対的なルツボの回転数の大きさを示している。回転成層流体の流れはルツボ回転数以外にも加熱条件等によっても変化するため、ルツボ回転数のみでは決まらない。

【0040】回転成層流体は、ルツボ回転が低回転のときには流れはほぼ軸対称的な流れであり、融液表面温度分布もほぼ軸対称である（図3(A)）。ところがルツボ回転速度を大きくしていくと流れは非軸対称に移る（図3(B)）。これにより融液表面の温度分布も非軸対称になる。そしてこの非軸対称分布は、ルツボ回転方向に、ルツボ回転速度に依存した速度で移動する。融液表面のある一定の径の円周上の1点に着目した場合、この非軸対称な温度分布の回転移動により、低い温度の融液と高い温度の融液が周期的に、あるいは非定常にその点にやってくるために、その点では低温と高温の融液の温度差に基づいた温度変動が生ずる。この温度変動の大きさと周期は着目する径位置で事なり、融液表面上に最大の温度変動振幅を持つ径位置が存在する。

【0041】さらにこの最大の温度変動振幅を持つ径位置は、ルツボ回転速度等の操業条件によって変化する。

図3(B)における(a)と(b)では(b)の法が相対的にルツボ回転数が大きい。図3(B)の(b)の状態では同じ非軸対称温度分布であっても中心軸近傍では温度変動の小さな領域が形成される。すなわち、温度変動の最大の部分が図3(B)の(a)に比べよりルツボ壁に近い方へ移動する。ルツボ回転を更に大きくしていくと、垂直断面における流れと水平断面における温度分布は図3(C)のようになる。

【0042】融液表面における温度分布はセル構造となり、このセルが円周方向へ移動することで温度変動が生じる。この温度変動は中ルツボ回転領域より小さい。このように融液表面温度分布を観測しながらルツボ回転速度、結晶回転速度、ルツボ位置、ヒーター加熱条件等の操業条件を変化させて融液表面における温度分布や温度変動を制御することができる。

【0043】また、融液表面における径方向の温度勾配も融液表面を二次元的に観測することで把握できるとして、この径方向の温度勾配もルツボ回転速度、結晶回転速度、ルツボ位置、ヒーター加熱条件等の操業条件を変化させて制御することができる。

【0044】以上述べたことは、融液表面の1点のみでの测温では困難である。

【0045】さらに、石英ルツボからシリコン単結晶を成長させる場合、このような融液流動パターンの変化によりシリコン単結晶中の酸素濃度も変化する。石英ルツボから溶け出た酸素は流れによって融液表面および結晶成長界面へ運ばれる。この酸素のほとんどは融液表面から蒸発するが、一部が結晶に取り込まれる。流れが図3(A)のような場合、ルツボから溶け出た酸素はそのほとんどが融液表面を通った後結晶成長界面へ達する。その時の結晶成長界面における融液中の酸素濃度は、融液表面からの酸素の蒸発により低くなっている。すなわち、図3(A)のような流れでは結晶中の酸素濃度は低くなる。

【0046】一方図3(C)のように沸き上がり流が存在している融液流動パターンにおいては、石英ルツボから溶け出た酸素は融液表面を通らずに直接結晶成長界面に達する。この場合、融液表面からの酸素の蒸発が起こらないため、結晶成長界面に達した融液中の酸素濃度は高い。すなわち、結晶中の酸素濃度は高くなる。このように融液表面から融液流動パターンを知ることで、単結晶の酸素濃度を予想することができる。そして、ルツボ回転速度、結晶回転速度、ルツボ位置、ヒーター加熱条件等の操業条件を変更して結晶中の酸素濃度を制御することが可能となる。

【0047】本発明では、融液表面から発せられる放射エネルギーの二次元分布をCCDカメラ等の撮像デバイスで観測して電気信号に変換し、それを温度に変換することにより融液表面における二次元温度分布を得る。この二次元温度分布をディスプレイに映しだしながら、操

業中に、ルツボ回転速度、結晶回転速度、ルツボ位置、ヒーター加熱条件等の操業条件を変更して、結晶引き上げに最適な状態を容易に得ることができる。

【0048】

【発明の実施の形態】本発明は、CZ法により引き上げられる結晶全てに適用可能である。そして特に結晶の大型化が進んでいるシリコン単結晶の結晶引き上げに有効である。

【0049】以下、本発明をシリコン引き上げの実施例により具体的に説明する。

【0050】図4に示すように、CCDカメラにより融液上方のチャンバ上部から結晶の無い状態での融液表面温度分布を二次元的に測定した。図5に18インチルツボ中に45kgの多結晶シリコンを融解した後、上方から上記方法で融液表面を観察したときの表面温度分布の模式図を示す。なお、図中点線は6インチ結晶の結晶端に相当する位置を表す。図5(a)にルツボ回転速度2rpmにおける温度分布を示す。図5(b)にルツボ回転速度5rpmにおける温度分布を示す。

【0051】融液表面の温度分布はルツボ回転速度2rpmにおいて既に非対称軸に遷移しており、これがルツボ回転方向に回転していた。この非軸対称性の最も大きいところはルツボ中心からちょうど6インチ結晶の端あたりに存在していた(図5(a))。また、融液表面の径方向の温度勾配も温度変動の最も大きい位置で最小値をとっていた。この状態で6インチ結晶を引き上げた結果、結晶の肩広げの過程でほとんど全ての結晶が多結晶化した。この場合の単結晶引き上げ成功率は10%であった。

【0052】一方、図5(b)の状態でも融液表面の温度分布は非対称軸性を示すが、ルツボ回転速度を上げたことで融液表面上の温度変動の最も大きい部分および径方向の温度勾配の最も小さい部分は、6インチ結晶の結晶端位値より外に移動しており、融液中心ではほぼ軸対称温度分布になっている。このような環境で6インチ結晶を成長させたところ、結晶は多結晶化も変形もせずほとんどが単結晶で引き上がった。この場合の単結晶引き上げ成功率は98%であった。

【0053】次に、横磁場を印加した単結晶引き上げ法について述べる。

【0054】図6に18インチルツボ中に45kgの多結晶シリコンを溶解した後、横磁場を印加したときの融液表面を観察したときの表面温度分布の模式図を示す。なお、図中点線は6インチの結晶端に相当する位置を表す。図6(a)にルツボ回転速度1rpm、磁場強度3000ガウス(G)における温度分布を示す。図6(b)に回転速度8rpm、磁場強度5000Gにおける温度分布を示す。融液表面の温度分布は横磁場を印加することで磁場方向に低温領域に広がる。

【0055】請求項3に述べた非対称軸度合いとは、図

6の低温領域の磁場方向に対する、磁場に垂直な方向の長さの比を意味する。この低温領域は回転しないで静止している。この非対称軸度合いが、図6(a)(磁場に垂直方向/磁場方向=0.9)よりも図6(b)(磁場に垂直方向/磁場方向=0.6)の方が大きかった。図6(a)の条件で結晶を成長させたところ、結晶は安定に成長した(単結晶引き上げ成功率97%)。一方、図6(b)の条件で結晶を成長させたところ、結晶の肩広げの時にほとんど多結晶化してしまった(単結晶引き上げ成功率8%)。

【0056】次に、シリコン単結晶引き上げにおける酸素濃度制御について述べる。図7に18インチルツボ中に45kgの多結晶シリコンを溶解した後、上方から上記方法で融液表面では融液表面を観察したときの表面温度分布の模式図を示す。なお、図中点線は、6インチの結晶の結晶端に相当する位置を表す。図7に(a)にルツボ回転速度5rpmにおける温度分布を示す。図5(b)にルツボ回転速度8rpmにおける温度分布を示す。ルツボ回転速度5rpmのときは全体的に見ると温度分布は非対称軸であるが、融液中心近傍ではほぼ非対称軸になっている。

【0057】一方、ルツボ回転速度8rpmではルツボ底からの沸き上がり流が発生し、セル状の温度分布を示している。これから2条件で6インチ結晶を引き上げたところ、それぞれの平均的な酸素濃度は、ルツボ回転速度5rpmのときは $8.5 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ (JEIDA)、ルツボ回転速度8rpmのときは $10.0 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ (JEIDA)となった。すなわち、融液表面のセル状温度分布を制御することで酸素濃度を変化させることができた。

【0058】

【発明の効果】以上述べたように、請求1記載の本発明の単結晶引き上げ制御方法により、ルツボ回転数、単結晶回転速度、ルツボとヒーターの相対的位置、ヒーターの加熱条件を調整することにより、融液表面の温度分布を軸対称にし、単結晶の単結晶引き上げ成功率が高くかつ単結晶を高品質にすることができる。

【0059】請求項2記載の本発明の単結晶引き上げ制御方法により、ルツボ回転速度、単結晶回転速度、ルツボとヒーターの相対的位置、ヒーターの加熱条件を調整することにより、少なくとも結晶成長界面近傍の温度変動を小さくして、単結晶の単結晶引き上げ成功率が高くかつ単結晶を高品質にすることができる。

【0060】請求項3記載の本発明の単結晶引き上げ制御方法により、水平磁場印加で必然的に生ずる融液表面上の非軸対称温度分布の非軸対称度合いを知り、これを基にルツボ回転速度、単結晶回転速度、ルツボとヒーターの相対的位置、ヒーターの加熱条件、水平磁場強度を調整することにより、非軸対称温度分布を軸対称に近づけることで、単結晶の単結晶引き上げ成功率が高くかつ

単結晶を高品質にすることができる。

【0061】請求項4記載の本発明の単結晶引き上げ制御方法により、ルツボ回転速度、単結晶回転速度、ルツボとヒーターの相対的位置、ヒーターの加熱条件、水平磁場強度を調整することにより、酸素濃度を制御することができる。

【0062】請求項5記載の本発明により、従来の融液表面温度の1点測定より確実に融液表面の温度環境を把握することができ、結晶成長に最適な温度条件、融液流動条件および酸素濃度条件を実現するオペレーションガイドとすることができる。

【0063】請求項6記載の本発明の単結晶製造方法により、最適な結晶成長環境を把握し、該単結晶の単結晶引き上げ成功率を高めることができる。

【0064】請求項7記載の本発明の単結晶製造方法により、最適な結晶成長環境を把握し、製造された該単結晶品質と対比させて、高品質な単結晶を得ることができる。

【0065】請求項8記載の本発明の単結晶引製造方法により、ルツボ回転速度、単結晶回転速度、ルツボとヒーターとの相対的位置、ヒーターの加熱条件を調整することにより、単結晶の単結晶引き上げ成功率が高くかつ単結晶が高品質となる融液表面温度分布、およびまたは表面温度の時間変動に近づけることができる。

【0066】請求項9記載の本発明の単結晶製造装置により、従来の融液表面温度の1点測定より確実に融液表面の温度環境を把握することができ、結晶成長に最適な温度条件、融液流動条件および酸素濃度条件を実現することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 CZ炉を模式的に示す図である

【図2】 放射温度計による融液表面の1点測定を表す図面である。

【図3】 CZ引き上げにおける融液の典型的な流れと、温度分布のルツボ回転依存性を表す図面である。

【図4】 CCDカメラ等の撮像デバイスによる融液表面の二次元測温を示す図面である。

【図5】 ルツボ回転と2rpmと8rpmにおけるCCDカメラによって観察した融液表面の温度分布を模式的に表した図面である。

【図6】 横磁場印加時にCCDカメラによって観察した融液表面の温度分布を模式的に表した図面である。

【図7】 ルツボ回転と5rpmと8rpmにおけるCCDカメラによって観察した融液表面の温度分布を模式的に表した図面である。

【符号の説明】

a…結晶

b…融液

c…ルツボ

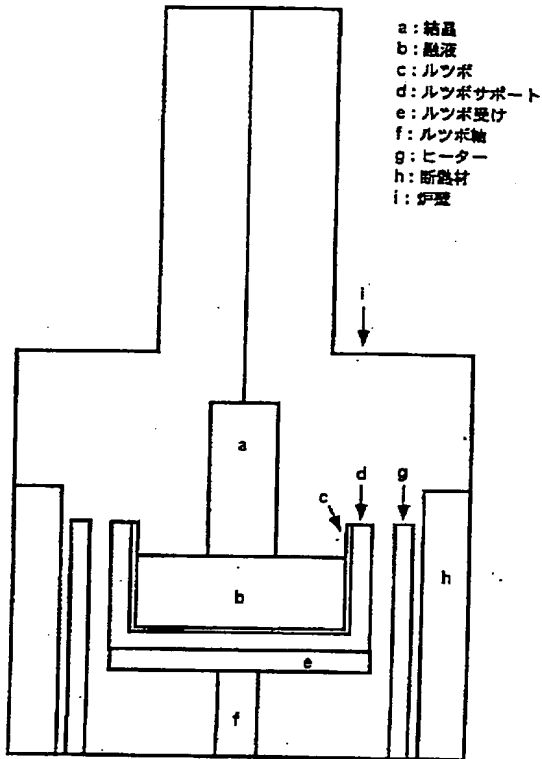
d…ルツボサポート

e…ルツボ受け
f…ルツボ軸
g…ヒーター

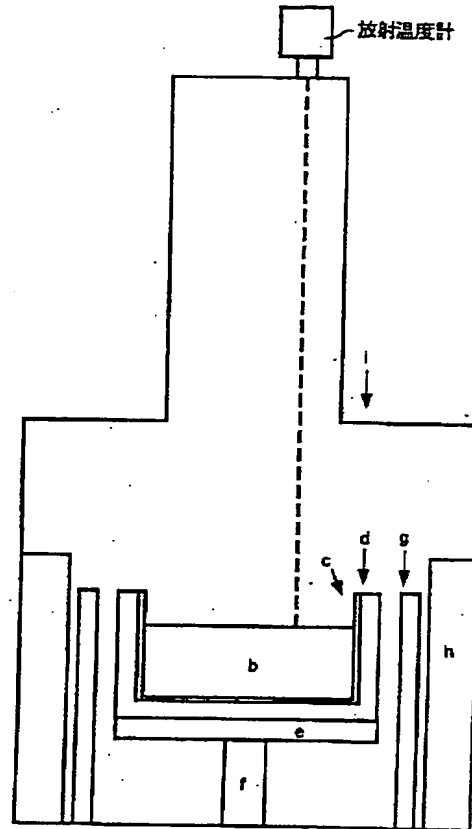
* h…断熱材
i…炉壁

*

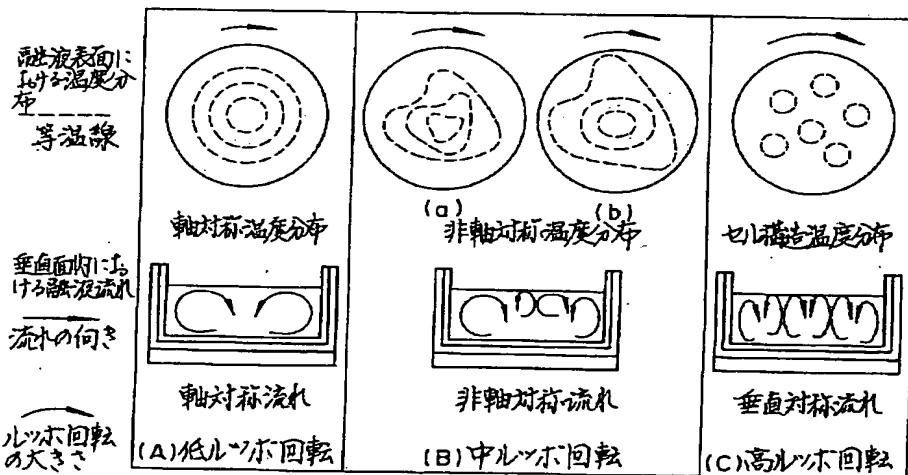
【図1】



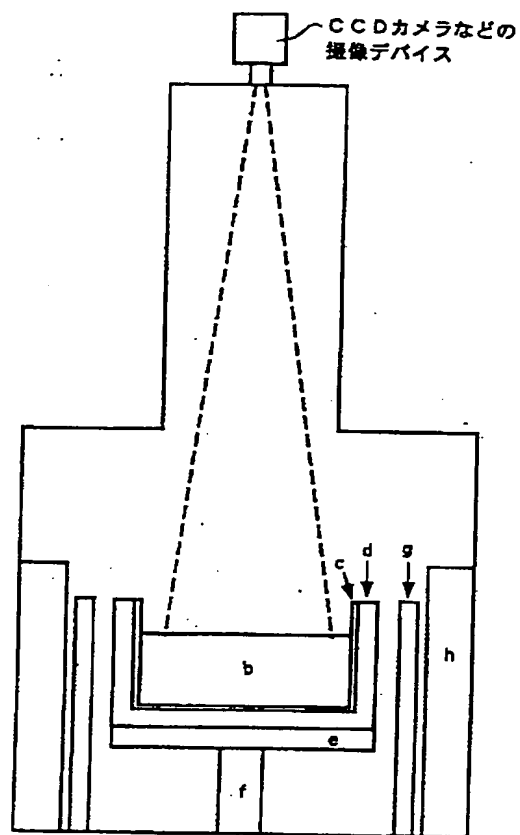
【図2】



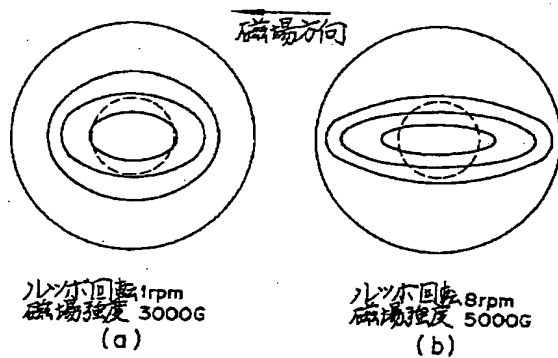
【図3】



【図4】

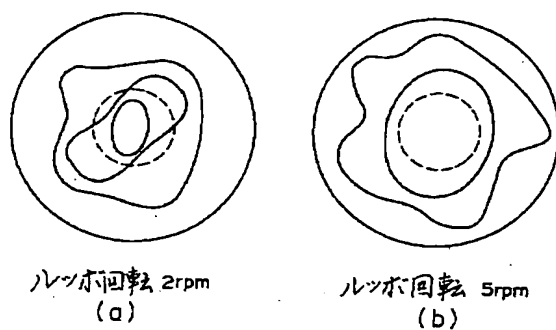


【図6】



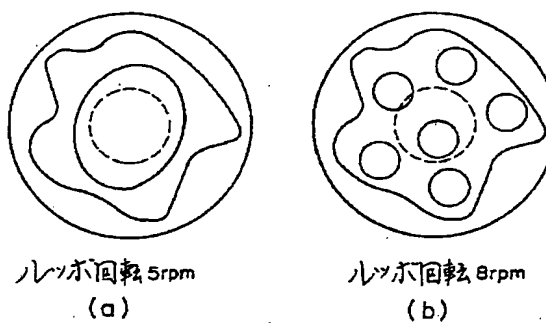
—— 等温線
 - - - 6インチ結晶端相当の位置

【図5】



—— 等温線
 - - - 6インチ結晶端相当の位置

【図7】



—— 等温線
 - - - 6インチ結晶端相当の位置

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**